

⑫ 公開特許公報(A) 平3-151319

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)6月27日

A 61 K 7/18

7252-4C

審査請求 未請求 請求項の数 17 (全7頁)

⑮ 発明の名称 新規歯磨組成物

⑯ 特 願 平2-284125

⑰ 出 願 平2(1990)10月22日

優先権主張 ⑱ 1989年10月23日 ⑲ 米国(US) ⑳ 425093

⑳ 発 明 者 アルバート サンーチ アメリカ合衆国ミズリー州セント ルイス, ダンバーズ
チヤン ドライブ 1233㉑ 出 願 人 モンサント カンパニ アメリカ合衆国ミズリー州セントルイス, ノース リンド
ー バーク プールバード 800

㉒ 代 理 人 弁理士 浅 村 皓 外3名

明 細 書

1. 発明の名称

新規歯磨組成物

2. 特許請求の範囲

(1) トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物、フッ化物イオン源および歯磨組成物に用いられる他の一般成分をDCPDに対して約0.4%から約5重量%含むDCPDから成る歯磨組成物。

(2) トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物は $Zn_2NaP_3O_{10} \cdot 9H_2O$ である、請求項1記載の歯磨組成物。

(3) DCPDはトリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物をDCPDに対して約0.7%から約3.7重量%含む、請求項2記載の歯磨組成物。

(4) DCPDはDCPD中にMgOを約0.1%から約0.6重量%供するTMPを含む、請求項3記載の歯磨組成物。

(5) DCPDはDCPD中にMgOを約0.3%から約0.5重量%供するTMPを含む、請求項4記載の歯磨組成物。

(6) DCPDはトリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物をDCPDに対し約1.2%から約2.7重量%含む、請求項3記載の歯磨組成物。

(7) DCPDはDCPD中にMgOを約0.3%から約0.5重量%供するTMPを含む、請求項6記載の歯磨組成物。

(8) トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物は $ZnNaP_3O_{10} \cdot 12H_2O$ である、請求項1記載の歯磨組成物。

(9) トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物をDCPDに対し約0.4%から約5.0重量%含むDCPDから成る歯磨組成物を含む、歯磨生成物。

(10) トリポリリン酸亜鉛ナトリウムは $Zn_2NaP_3O_{10} \cdot 9H_2O$ である、請求項9記載の歯磨生成物。

(11) DCPDはトリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物をDCPDに対し約0.7%から約3.7重量%含む、請求項10記載の歯磨組成物。

(12) DCPDはDCPD中にMgOを約0.1

めに少量の無機亜鉛塩類をDCPD粉末に配合し、ついで歯磨剤に混合する歯磨き生成物として用いる。好ましい塩として亜鉛とナトリウムが任意の割合のトリポリリン酸亜鉛ナトリウムをリン酸ニカルシウム・2水和物に対して約0.4%から5.0重量%、好ましくは約0.7%から約3.7重量%および更に好ましくは約1.2%から約2.7重量%をリン酸ニカルシウム・2水和物粉末に混合する。

弗化物安定性の要件に加え、DCPDおよび生成するDCPD-基剤複歯磨剤は「セットテスト」および「簡易フッ化物安定性テスト」のような補助的な試験において向上した性能を示す。DCPDにトリポリリン酸亜鉛ナトリウム塩を添加するとセットテストおよび簡易フッ化物安定性テストにおいてDCPDの性能を有意に改善することが分ったが、DCPDに対して約0.1%から約0.6重量%、好ましくは約0.3%から0.5重量%の範囲で、望ましいリン酸三マグネシウム・8水和物(TMP)のようなマグネシウ

ム塩類を酸化マグネシウム(MgO)に添加すると、特にセットテストにおいてDCPDの改善した性能を提供する。DCPDにトリポリリン酸亜鉛ナトリウム塩と共にマグネシウム塩を添加すると、歯磨剤中の成分としての性能を測定するのに用いる試験において、DCPDの性能を相乗的に高める。しかしながら、主な利点はDCPDにトリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物を加えて得る。

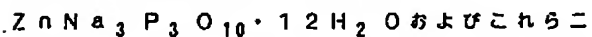
リン酸ニカルシウム・2水和物(DCPD)複歯磨剤又は歯磨き料に用いる歯磨き生成物である。DCPD-基剤複歯磨剤生成物は研磨剤又は磨き剤としてDCPDおよびフッ化イオン源および歯磨剤生成物の通常用いる他の成分を含む。歯磨剤生成物の通常用いる他の成分は風味づけ物質としてエステル類および冬緑、ハッカ、ミドリハッカ等の油類および発泡剤として炭素原子約8個から18個のアルキル基を有する水溶性アルキルおよびアルキル-エーテル硫酸および炭素原子10個ないし18個を持つ脂肪酸類のスルホン化モノグリセリドの水溶性塩類、炭素原子10個から18個を有す

る硫酸化脂肪酸アルコールの水溶性塩類、イセチオン酸の脂肪酸エステル類の塩類およびタウリン類の脂肪酸アミド類の塩類がある。増粘剤としてカルボキシメチルセルロースナトリウムのようなセルロースエーテル類の水溶性塩類、天然ガムおよびコロイド状ケイ酸マグネシウムアルミニウム又は微粉砕したシリカを含む。潤滑剤としてはグリセリン、ソルビトールおよび他の多価アルコールを含む。もし望むなら適当な着色料を歯磨き料に加入することもできる。

フッ化合物は約1000ppmの濃度でフッ化イオンを歯磨き料又は複歯磨剤に加える。しかし、貯蔵中にフッ化イオンは歯磨き料中の他の物質、特にDCPDと反応して不溶性フッ化合物を生成する。従って、利用できるフッ化物、即ち歯磨き料中で虫歯を防ぐ働きをするフッ化物イオン類の三分之一を使用する前に失う。DCPDにトリポリリン酸亜鉛化合物を添加すると不溶性フッ化合物の生成を減じてDCPDのフッ化物イオン安定度を著しく高める。不溶性フッ化合物の生

成減少は歯磨き料中に使用者の歯を虫歯から守る反応性イオンとしてのフッ化物イオンをより多く残すことを意味する。加えて、トリポリリン酸亜鉛塩類はDCPDの安定度を高める。

2つのトリポリリン酸亜鉛化合物がリン酸ニカルシウム・2水和物(DCPD)のフッ化物安定度の向上に非常に有効なのが分った。両化合物はDCPDの存在下でフッ化物イオン安定度の著しい増加をもたらす、DCPD生成物のある特別の混合物が歯磨き料中の研磨剤としての使用の明確に適合するかどうかを決定するのに用いる試験の一つであるセットテストにおけるDCPDの安定度を向上する。非常に有効であると分った二つのトリポリリン酸亜鉛化合物は



ナトリウムはフッ化物イオン安定度およびDCPDのセットテスト性能を著しく高めることは分ったが、塩化亜鉛、酸化亜鉛、オルトリン酸

溶であることだ。これらの化合物から遊離する少量の亜鉛酸イオンおよびトリポリリン酸塩陰イオンがDCPDに高いフッ化物安定度を供するが、これらの化合物の低い溶解度はトリポリリン酸塩イオンによるDCPDからの遊離カルシウムイオンの完全な捕捉を妨げる。それ故、トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物はDCPDの長期安定化に対し亜鉛およびトリポリリン酸塩イオンの緩慢な放出原料になり得る。

歴史的には、DCPD生成物をリン酸三マグネシウム(TMP)、リン酸二マグネシウム(DMP)およびピロリン酸マグネシウムのようなマグネシウム塩で安定化してきた。安定化の厳密な本質は分っていないが、マグネシウムとピロリン酸塩類の作用はDCPDの結晶表面上でのマグネシウムイオン又はピロリン酸陰イオンの吸収で起こり、それによってDCPDが脱水また不均等化するのを防ぐのではという推測がある。DCPDのフッ化物安定度は事実上トリポリリン酸亜鉛ナトリウム化合物の添加で高まるが、

gのトリポリリン酸ナトリウム(STP)(1.67モル)を5ℓの水に溶かして調製した。このSTP溶液を機械的に攪拌する硫酸亜鉛溶液に加え、この攪拌は全部のSTP溶液を添加し終るまで約2時間続けた。白い沈殿物を濾過し、8ℓの水で十分に洗い、再び濾過した。湿った塊を50℃で乾燥し、粉砕して、926gの白い粉末を得た。

成分分析で決定した粉末の組成はZn-23.8%、Na-4.04%および P_2O_5 -38.1%で、理論分析のZn-23%、Na-4%および P_2O_5 -37.4%、および白い粉末が $Zn_2NaP_3O_{10} \cdot 9H_2O$ (ZSTP)であると決定するX線粉末回折研究と比較した。

実施例2

対照調製料又は練炭磨の試料2Aは、98.7gのDCPDを90.6gの0.6%ピロリン酸四ナトリウム(TSPP)含有の87.5%グリセリン、7.72gの20%モノフルオロリン酸ナトリウム(MFP)および2.98gのラウ

シル硫酸ナトリウム(SLS)と混合して調製した。この調製物は約1000ppmの易溶性フッ化物イオン(1000ppmF.)を含む。歯磨き料又は練炭磨の他の試料類、試料2Bから2Fは実施例1のトリポリリン酸亜鉛ナトリウム(ZSTP)をDCPDと乾燥混合して調製した。種々の量のZSTPをDCPDに加えて全試料重量を98.7gにし、上記の各成分に加えて調製した。生じたのり状物質類は上記の熱成促進試験に用いた。のり状物質類中に残存する易溶性フッ化物イオンの量(ppmF.)を測定した。測定結果を表1に示す。

本発明は以下の実施例でよりよく理解されるが、それらの実施例は本発明の組成物の生成および有効性を説明するものであって限定するものではない。以下の実施例中で、調製物中に残存する易溶性フッ化物イオンの量は室温で約2年貯蔵したのと同等の熱成促進試験後に測定された。二つの熱成促進試験を行った。第一では生成物を60℃で5日間貯蔵し、第二では49℃(120°F)で21日間貯蔵した。

実施例1

以下の実施例で用いるためにトリポリリン酸亜鉛ナトリウム、 $Zn_2NaP_3O_{10} \cdot 9H_2O$ (ZSTP)を調製した。これは1052gの $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ (3.66モル)を3ℓの水に室温で溶かして調製した。第二溶液は613

gのトリポリリン酸ナトリウム(STP)(1.67モル)を5ℓの水に溶かして調製した。このSTP溶液を機械的に攪拌する硫酸亜鉛溶液に加え、この攪拌は全部のSTP溶液を添加し終るまで約2時間続けた。白い沈殿物を濾過し、8ℓの水で十分に洗い、再び濾過した。湿った塊を50℃で乾燥し、粉砕して、926gの白い粉末を得た。

試料番号	DCPD(g)	ZSTP(g)	表 1	
			試験 1 60℃で5日間 (ppmF.)	試験 2 49℃で21日間 (ppmF.)
2-A	98.7	0	788	749
B	98.0	0.7	833	796
C	97.3	1.4	854	827
D	96.6	2.1	863	824
E	95.2	3.5	858	844
F	98.3	0.4	806	792

塩化マグネシウムおよび過塩化マグネシウムの
ような易溶性マグネシウム塩類はDCPDの脱水
を抑えることができ、従って、DCPDのセッ
トテスト能を向上することができる。しかし、多
くの易溶性マグネシウム塩類は吸湿性で、それ故、
DCPD生成物に混合した時固形化の問題を生じ
る可能性がある。さらに、過剰の易溶性マグネシ
ウム塩類があると、マグネシウムイオンが速やか
にフッ化物イオンと反応して不溶性フッ化マグネ
シウムを生成するので、DCPD生成物のフッ化
物安定度は低下する。

リン酸三マグネシウム八水和物(TMP)およ
びリン酸二マグネシウム三水和物(DMP)のよ
うな不溶性マグネシウム塩類はDCPDの脱水を
抑え、セッテスト中のDCPDの性能を高める
のが分った。TMPはDCPDの脱水抑制におい
てDMPより優れている故に、セッテストのた
めにDCPDの安定剤としてまず第一に選択して
用いる。しかし、DCPDにおけるフッ化物安定
度はDCPD中のMoO含量が約0.6%以上の

水準に達すると低下する。

マグネシウム塩類以外の無機化合物も又研究し
た。試験した種々の化合物の中でトリポリリン酸
亜鉛ナトリウム類がDCPDを最もよく安定した。
DCPD生成物へのトリポリリン酸亜鉛ナトリウ
ムの添加はセッテスト能を向上し、加えて
DCPD生成物のフッ化物安定度を実質的に増し
た。

実施例5

セッテストの対照とするために30gの
DCPD試料を30gの87.5%グリセリン溶
液と混合してむらのないスラリーを調製した。ス
ラリーの約半分を試験管に入れ、その口を軽く栓
をして、100℃の水槽中に30分間置いた。加
熱後、試験管のスラリーを約2時間室温に放置し
て室温にまで冷却した。冷ましたスラリーを攪拌
棒で軽く混ぜ、スラリーの組成を見た。冷ました
スラリーの少量、例えば1g以下をスライドグラ
スの上に取り、そのガラスを約60度傾けて冷え
たスラリーが流れるようにした。スラリーの流出

物がスライドガラスの下端に達した時、スライド
ガラスを平らに置いた。冷えたスラリーのもしあ
れば粗粒子生成物および流出物を観察した。スラ
リーは厚くなり乾いてきて、沢山の大きな粗粒子
を生成した。

実施例6

実施例5の方法を繰り返した。29.7gの
DCPDと0.3gのトリポリリン酸亜鉛ナトリ
ウム、 $Zn_2NaP_3O_{10} \cdot 9H_2O$ の乾燥混合
物を調製し、30gの87.5%グリセリン溶液
と混合してスラリーを調製した。スラリーを加熱
冷却後、少量をスライドガラスに載せ、実施例5
に述べたようにして観察した。冷めたスラリーの
組成はよく、粗粒子は全くできなかった。この結
果はDCPDへのトリポリリン酸亜鉛ナトリウム
の添加はDCPDのセッテスト能を高めること
を示している。

本発明の簡記詳述は本発明を限定するものでは
ない。当業者には明らかなように、上述の実施例
の多くの変更や修正を本発明の精神と範囲をそれ

ることなく実行できる。

代理人 浅 村 昭